



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 :
Application Number 10-2003-0060810

출원 년 월 일 :
Date of Application 2003년 09월 01일
SEP 01, 2003

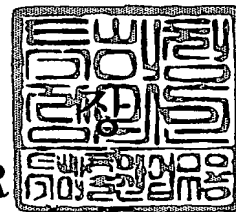
출원 인 :
Applicant(s) 주식회사 효성
HYOSUNG CORPORATION

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)



2004 년 08 월 13 일

특 허 청
COMMISSIONER



【서지사항】

| | |
|------------|--|
| 【서류명】 | 특허출원서 |
| 【권리구분】 | 특허 |
| 【수신처】 | 특허청장 |
| 【제출일자】 | 2003.09.01 |
| 【발명의 명칭】 | 높은 모듈러스, 내알칼리성 및 내열성을 가진 탄성사 제조방법 |
| 【발명의 영문명칭】 | Process for preparing Elastic Fiber having High modulus, Alkali-resistance and Heat-resistance |
| 【출원인】 | |
| 【명칭】 | 주식회사 효성 |
| 【출원인코드】 | 1-1998-700326-1 |
| 【대리인】 | |
| 【성명】 | 김학제 |
| 【대리인코드】 | 9-1998-000041-0 |
| 【포괄위임등록번호】 | 2003-024903-0 |
| 【대리인】 | |
| 【성명】 | 문혜정 |
| 【대리인코드】 | 9-1998-000192-1 |
| 【포괄위임등록번호】 | 2003-024904-7 |
| 【발명자】 | |
| 【성명의 국문표기】 | 강연수 |
| 【성명의 영문표기】 | KANG, Yeon Soo |
| 【주민등록번호】 | 621214-1024516 |
| 【우편번호】 | 430-030 |
| 【주소】 | 경기도 안양시 만안구 박달동 85 우성아파트 105-108 |
| 【국적】 | KR |
| 【발명자】 | |
| 【성명의 국문표기】 | 진중성 |
| 【성명의 영문표기】 | JIN, Joong Seong |
| 【주민등록번호】 | 770218-1481513 |
| 【우편번호】 | 431-080 |
| 【주소】 | 경기도 안양시 동안구 호계동 913-2 효성기숙사 220호 |
| 【국적】 | KR |

【발명자】

【성명의 국문표기】 서승원
【성명의 영문표기】 SE0, Seung Won
【주민등록번호】 530915-1143511
【우편번호】 435-040
【주소】 경기도 군포시 산본동 백두 한양아파트 991동 2102호
【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 권익현
【성명의 영문표기】 KWON, Ik Hyeon
【주민등록번호】 500610-1923625
【우편번호】 429-717
【주소】 경기도 시흥시 대야동 548 은행 2차 청구아파트 202동 1304호
【국적】 KR

【심사청구】

청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인
 김학제 (인) 대리인
 문혜정 (인)

【수수료】

| | | |
|-----------------|------|-----------|
| 【기본출원료】 | 19 면 | 29,000 원 |
| 【가산출원료】 | 0 면 | 0 원 |
| 【우선권주장료】 | 0 건 | 0 원 |
| 【심사청구료】 | 8 항 | 365,000 원 |
| 【합계】 | | 394,000 원 |

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 높은 모듈러스의 내알칼리성 탄성사 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액에, 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체의 총 중량을 기준으로 1 내지 20 중량%의 셀룰로오스아세테이트를 첨가 및 교반하여 수득된 방사원액을 숙성하여 방사하는 것을 특징으로 하는 고 모듈러스 및 내알칼리성 탄성사 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 중합체 제조 조건을 급격하게 변화시키지 않고도 높은 모듈러스 및 우수한 내열성을 가진 내알칼리성 탄성사를 용이하게 제조할 수 있다.

【명세서】

【발명의 명칭】

높은 모듈러스, 내알칼리성 및 내열성을 가진 탄성사 제조방법 {Process for preparing Elastic Fiber having High modulus, Alkali-resistance and Heat-resistance}

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <1> 본 발명은 높은 모듈러스, 내알칼리성 및 내열성을 가진 탄성사 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액에, 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체의 총 중량을 기준으로 1 내지 20 중량%의 셀룰로오스아세테이트를 첨가하여 수득된 방사원액을 숙성하여 방사하는 것을 특징으로 하는 고 모듈러스의 내알칼리성·내열성 탄성사 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 중합체 제조 조건을 급격하게 변화시키지 않고도 높은 모듈러스 및 우수한 내열성을 가진 내알칼리성 탄성사를 용이하게 제조할 수 있다.
- <2> 탄성사는 다양한 분야에서 사용되고 있는 바, 폴리에스터 섬유와 함께 쓰리 웨이(3-way) 경편 벨벳 조직물에서 폴리에스터 원사를 원단 상에서 힘 있게 잡아주는 역할을 하는 탄성사는 양호한 기모상태의 형성 및 유지를 위해 높은 모듈러스가 유지되어야 하며, 후속하는 폴리에스테르 벨벳생지의 후가공 공정에서 높은 온도의 염색 및 세팅 처리를 견디기 위해 우수한 내열성을 가져야 한다. 아울러, 최근 벨벳 직물에서 원단의 부가가치를 높이기 위해 주목을 받고 있는 각종 문양의 엠보싱(embossing) 효과를 부여하기 위해 기모사를 버닝-아웃(burning-out)

하고 원하는 색상으로 염색을 하고 있는 공정을 거치고 있는 바, 상기 공정을 위해 탄성사는 우수한 내알칼리성을 가질 것이 필연적으로 요구된다. 다시말해, 상기 버닝-아웃 공정에서 원하는 부위의 폴리에스터 기모사를 녹이기 위해, 고농도의 알칼리(주로 가성소다)액을 사용하게 되며, 이어서 염색액을 적용하고 염료의 고착을 위해 고온처리를 하므로 원단 상에 존재하는 알칼리액이 고온 환경하에서 탄성사를 취화시키는 것을 막기 위해 탄성사가 우수한 내알칼리성을 가질 것이 요구되고 있다.

<3> 현재 통상의 탄성사를 적용하여 벨벳 원단을 제조하는 공정에서 흔히 발생되고 있는 문제는, 탄성사의 모듈러스가 낮아서 샤링(shearing) 공정 이후 기모가 눕는 현상 때문에 벨벳 효과가 약해지는 것과, 고온의 후가공으로 인해 탄성사가 고유의 탄성회복력을 상실하여 원단이 퍼지거나, 심한 경우 사절이 되는 현상이 발생되고 있는 것이며, 특히 버닝-아웃 및 염색처리가 요구되는 엠보싱 효과부여 공정시 고농도 알칼리 및 고온 처리에 의해 탄성사가 극심하게 사절되어 벨벳 원단 상에 무수한 구멍이 발생되고 있는 것이다.

<4> 따라서, 상기 문제점 때문에 벨벳물 제조업체는 탄성사 제조업체에게 고모듈러스, 고내열성을 특성으로 하는 탄성사의 공급을 요구하고 있는 실정이며, 특히 버닝-아웃 및 염색을 하고 있는 특수 벨벳물 제조 업체는 내알칼리성까지 요구하고 있는 실정이다.

<5> 상기 문제점을 해결하기 위해 탄성사 제조업체에서 종래에 가장 보편적으로 사용해온 방법은 탄성사 제조용 중합물 제조시에 하드 세그먼트(Hard segment) 함량을 높여서 모듈러스를 향상시키고, 결합력이 높고, 사이드 체인(Side chain)이 없는 쇠연장제를 사용하여 내열성을 향상시키는 것이다. 그러나, 상기와 같은 방법으로 모듈러스 혹은 내열성을 향상시키는 경우에는, 중합물의 점도 관리가 용이하지 못해서 이 중합물을 사용하여 제조된 탄성사의 물성이 균일하지 못하게 되며, 수시로 소량 생산을 해야되는 경우에 어려움이 많이 된다. 한편, 탄성사

는 그 특성상, 알칼리에 대한 내성이 어느 정도 있으나, 160 내지 80℃ 수준의 고온과 함께 약 25 내지 30% 정도의 고농도 가성소다액을 적용하는 경우에는 탄성사가 쉽게 분해되는 경향이 있게 되므로, 현재로서는 버닝-아웃과 날염을 동시에 진행할 수 있는 방법은 전무하며, 버닝-아웃과 날염을 개별적으로 진행할 방법 밖에는 대안이 없는 실정이다.

<6> 따라서, 당해 기술분야에서는 높은 모듈러스, 우수한 내열성 및 내알칼리성을 가진 탄성사를 전술한 공정상의 불균일 문제없이 용이하게 제조할 수 있는 방법에 대한 요구가 있어왔다.

<7> 한편, 후지보의 일본특개 2000-303259호는 탄성사에서 흡습성 및 생분해성을 향상시키기 위해 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 용액에 셀룰로오스 아세테이트를 첨가하고 균일 혼합한 용액을 방사원액으로 하여 방사하고, 수득된 아세틸셀룰로오스 함유 탄성사를 알칼리 처리한 폴리우레탄 탄성사를 개시하고 있으나, 이 경우 내알칼리성 또는 내열성에 대한 인식이 없을 뿐만 아니라, 수득된 탄성사의 모듈러스는 너무 낮아 여전히 상기 문제를 해결하지 못하고 있다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<8> 본 발명자들은 전술한 문제점을 해결하기 위해 예의 연구한 결과, 종래의 탄성사 제조용 중합체 용액내에, 초화도가 약 28 내지 72%인 셀룰로스아세테이트(디아세테이트 혹은 트리아세테이트)를 상기 중합체 용액내의 고형 성분(즉, 중합체 성분)을 기준으로 1 내지 20 중량%의 양으로 첨가한 후에 균일하게 교반하여 제조한 방사원액을 일정시간 숙성시킨 후 방사하여 탄성사를 제조할 경우, 중합점도의 급격한 변화 또는 제조된 섬유제품의 물성 불균일 없이 용이

하게 고모듈러스, 고내열성 및 고내알칼리성을 가진 탄성사를 제조할 수 있음을 확인하고 본 발명에 이르게 되었다.

<9> 결국, 본 발명은 용이한 공정 조건하에서 모듈러스, 내열특성 및 내알칼리성이 우수한 탄성사를 제조하기 위한 방법을 제공하는 것이다.

【발명의 구성】

<10> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 한 측면은 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액에, 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체의 총 중량을 기준으로 1 내지 20 중량%의 셀룰로오스아세테이트를 첨가하여 수득된 방사원액을 소정의 시간동안 숙성하여 방사하는 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법에 관한 것이다.

<11> 본 발명의 또 다른 한 측면은 전술한 방법으로 제조한, 고모듈러스, 우수한 내열성 및 우수한 내알칼리성을 가진 탄성사에 관한 것이다.

<12> 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

<13> 본 발명에서 사용하기 위한 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액은 당해 기술 분야에서 공지된 바에 따라 제조되는 바, 구체적으로는, 유기 디이소시아네이트 화합물 및 고분자 디올 화합물을 반응시켜 전구체를 제조한 후, 이를 유기용매에 용해시킨 후 디아민과 반응시켜 사슬연장반응을 수행하고, 모노아민으로 사슬연장반응을 중지함으로써 제조할 수 있다.

- <14> 본 발명에서 사용될 수 있는 상기 유기 디이소시아네이트화합물로는, 디페닐메탄-4,4'디이소시아네이트, 헥사메틸렌디이소시아네이트, 톨루엔디이소시아네이트, 부틸렌디이소시아네이트, 또는 수소화된 p,p-메틸렌디이소시아네이트 등이 있다. 상기 고분자 디올 화합물로는 폴리테트라메틸렌에테르 글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 또는 폴리카보네이트디올 등이 사용될 수 있으며, 바람직하게는 수 평균 분자량 1750 내지 2050의 범위의 것을 사용할 수 있다. 한편, 사슬 연장제로서 사용되는 상기 디아민 화합물로는 에틸렌디아민, 프로필렌디아민, 또는 히드라진 등이 있고, 사슬 연장 중지제로서 사용되는 상기 모노 아민화합물로는 디에틸아민, 모노에탄올아민, 또는 디메틸아민 등이 있다. 또한, 상기 중합체 용액 제조시 사용되는 유기용매는 특별히 제한되지는 않으나, N,N'-디메틸 포름 아미드, N,N'-디메틸 아세트아미드, 또는 디메틸 설펍시드를 들 수 있다.
- <15> 본 발명에서 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액은 필요에 따라 1 또는 2 이상의 첨가제로써 소광제, UV 안정제, 산화방지제, NO_x가스 황변방지제, 점착방지제, 염착증진제, 내염소제 등을 포함할 수 있다.
- <16> 본 발명에 따른 방법에서는 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄 우레아 중합체 용액에, 셀룰로오스 아세테이트를 중합물 고형 성분을 기준으로 1 내지 20중량%로 첨가한 후 균일 교반하여 방사원액으로 한다. 셀룰로스아세테이트가 1중량% 미만이면 효과가 미비하고, 20중량%를 초과하면 균일 믹싱이 어렵다. 상기 셀룰로스아세테이트는 셀룰로오스 디아세테이트 또는 셀룰로오스 트리아세테이트로서, 바람직하게는 초화도가 약 28 내지 72% 정도이다. 상기 방사원액을 30 내지 70 °C의 온도에서 28 내지 38 시간 동안 방치하여 숙성한 후에 방사하면 높은 모듈러스, 우수한 내열특성 및 우수한 내알칼리성을 가진 탄성사를 제조할 수 있다. 본 발명자의 연구에 따르면, 첨가제 형태로 투입되는 셀룰로스아세테이트와 중합물 간의 균일 교반 및 숙성

은 셀룰로스아세테이트가 우레탄 및 우레아 결합과 균일한 수소결합을 형성하여 내알칼리성, 내열성 및 모듈러스 향상에 직접적인 영향을 제공할 수 있는 핵심적 과정으로써, 적정 조건을 설정하는 것이 중요하다. 본 발명의 방법에서는 셀룰로스아세테이트를 중합물 제조시 사용하는 동일한 종류의 유기 용매에 용해시키고, 7 내지 8시간 균일 교반한 후에, 사전에 준비된 중합물에 투입하여 최소 2시간 균일 교반하고, 셀룰로스아세테이트 투입 퍼센트 당 30분씩 교반 시간을 연장하여, 충분한 교반한다. 교반 후에는 약 28 내지 38 시간 동안 셀룰로스아세테이트와 중합물의 혼합물을 숙성시킨 후, 방사구금을 통해서 방사하여 탄성사를 제조하는 것을 표준으로 하였다.

<17> 이하, 구체적인 실시예 및 비교예를 가지고 본 발명의 구성 및 효과를 보다 상세히 설명하지만, 이들 실시예는 단지 본 발명을 보다 명확하게 이해시키기 위한 것일 뿐, 본 발명의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다.

<18> [실시예]

<19> 실시예 1

<20> 디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트 518g 및 폴리테트라메틸렌에테르글리콜 2328g (

수평균분자량 1800)을 85℃에서 90분간 교반하면서 반응시켜, 양 말단에 이소시아네이트를 포함하는 폴리우레탄 전구체를 제조하고, 이를 실온으로 냉각시킨 후, 디메틸아세트아마이드 4643g에 용해시켜 폴리우레탄 전구체 용액을 수득하였다. 이어서, 프로필렌디아민 54g 및 디에틸아민 9.1g을 디메틸아세트아마이드 1889g에 용해시킨 용액을, 10℃ 이하의 온도에서 상기 폴리우레탄 전구체 용액에 첨가하여 세그먼트 폴리우레탄우레아 중합체 용액을 제조하였다.

<21> 상기 중합물에 통상의 UV 안정제, 산화 방지제, 황변 방지제, 염착 증진제, 마그네슘 계의 점착 방지제 및 티타늄 계의 소광제를 투입하여 균일 교반한 후, 이 중합물에, 디메틸아세트아마이드에 용해시킨 초화도가 45%인 디아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 1중량%의 양으로 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 중합물을 탈포한 후, 35시간 동안 숙성시켜 방사원액을 수득하였다. 수득한 방사원액은 건식방사 (방사온도: 250℃)에 의해 방사하고 연신비 1.3으로 연신하여 40 데니아의 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다.

<22> 상기 방법에 따라 준비된 폴리우레탄우레아 탄성사 590본을 정경한 후, 폴리에스터 50 데니아와 함께 편직하여 염가공 후 벨벳 원단을 만들고 버닝-아웃 및 날염하였다. 제조된 벨벳 원단의 원사내열성, 내알칼리성, 원단의 파워(power) 유지율, 버닝-아웃 전의 기포상태 및 버닝-아웃 후 원단 홀(hole) 발생정도를 측정 및 평가하고, 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<23> 실시예 2

<24> 디메틸아세트아마이드에 용해시킨 디아세테이트 (초화도: 45%)를 중합물 고형 성분 대비 5 중량% 투입하고, 4시간 동안 균일 교반하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40 데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을

제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<25> 실시예 3

<26> 디메틸아세타마이드에 용해시킨 디아세테이트(초화도: 45%)를 중합물 고형 성분 대비 10 중량%의 양으로 투입하고, 6.5시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<27> 실시예 4

<28> 디메틸아세타마이드에 용해시킨 디아세테이트(초화도: 45%)를 중합물 고형 성분 대비 15 중량% 투입하고, 9.5시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<29> 실시예 5

<30> 디메틸아세타마이드에 용해시킨 디아세테이트(초화도: 45%)를 중합물 고형 성분 대비 20 중량% 투입하고, 12시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데

니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<31> 실시예 6

<32> 트리아세테이트 (초화도: 65%)를 110℃ 온도로 30분간 가열하여 디메틸아세타마이드에 용해시킨 후, 용해된 트리아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 1중량% 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<33> 실시예 7

<34> 트리아세테이트(초화도: 65%)를 110℃의 온도로 30분간 가열하여 디메틸아세타마이드에 용해시킨 후, 용해된 트리아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 5중량%양으로 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<35> 실시예 8

<36> 트리아세테이트(초화도: 65%)를 110℃의 온도로 30분간 가열하여 디메틸아세타마이드에 용해시킨 후, 용해된 트리아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 10중량%의 양으로 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<37> 실시예 9

<38> 트리아세테이트(초화도: 65%)를 110℃온도로 30분간 가열하여 디메틸아세타마이드에 용해시킨 후, 용해된 트리아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 15중량% 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<39> 실시예 10

<40> 트리아세테이트(초화도: 65%)를 110℃의 온도로 30분간 가열하여 디메틸아세타마이드에 용해시킨 후, 용해된 트리아세테이트를 중합물 고형 성분 대비 20중량% 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<41> 비교예 1

<42> 실시예 1과 동일한 방법으로 준비된 중합물에, 사전에 디메틸아세타마이드에 용해시킨 디아세테이트(초화도: 45%)를 중합물 고형 성분 대비 25중량%의 양으로 투입하고, 9.5시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<43> 비교예 2

<44> 실시예 1과 동일한 방법으로 준비된 중합물에, 트리아세테이트(초화도: 65%)를 110℃의 온도로 30분간 가열하여 디메틸 아세타마이드에 용해시킨 트리아세테이트 용액을 중합물 고형 성분 대비 25중량%의 양으로 투입하고, 2시간 동안 균일 교반한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<45> 비교예 3

<46> 셀룰로스아세테이트는 첨가하지 않은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 40데니아 폴리우레탄우레아 탄성사를 권취하였다. 또한, 실시예 1과 동일한 방법으로 벨벳 원단

을 제조하고 버닝-아웃 및 날염을 실시한 후, 제조된 벨벳원단의 특성을 측정 및 평가하여 그 결과를 표 1에 나타내었다.

<47> 【표 1】

| 구분 | 원사 평가 | | | 원단 평가 | | | 비고 |
|-----------|-------------|-------------------|---------------------|-------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|-----------------|
| | 모듈러스 (g) | 내열성 ¹⁾ | 내알칼리성 ²⁾ | 파워 유지율 ³⁾ | 버닝아웃 전의 기모 상태 ⁴⁾ | 버닝아웃 후 원단상 홈 발생정도 ⁵⁾ | |
| 실시에 1 | 5.4 | 47% | 117분 | 39.7% | △ | 다소 有 | |
| 실시에 2 | 6.2 | 65% | 130분 | 47.3% | ○ | 別無 | |
| 실시에 3 | 5.9 | 63% | 133분 | 44.5% | ○ | 別無 | |
| 실시에 4 | 5.7 | 54% | 125분 | 42.7% | △ | 別無 | |
| 실시에 5 | 5.4 | 48% | 121분 | 40.4% | △ | 다소 有 | |
| 실시에 6 | 5.5 | 50% | 129분 | 41.6% | △ | 別無 | |
| 실시에 7 | 6.5 | 69% | 145분 | 48.8% | ○ | 別無 | |
| 실시에 8 | 6.1 | 67% | 152분 | 46.0% | ○ | 別無 | |
| 실시에 9 | 5.8 | 58% | 136분 | 42.9% | △ | 別無 | |
| 실시에 10 | 5.3 | 53% | 135분 | 41.1% | △ | 別無 | |
| 비교예1 | 4.9 | 42% | 115분 | 38.5% | △ | 多發 | 균일 Mixing 곤란 |
| 비교예2 | 4.6 | 45% | 127분 | 39.0% | △ | 別無 | 균일 Mixing 곤란 |
| 비교예3 | 5.1g | 45% | 113분 | 39.2% | △ | 多發 | |

<48> 주1) 원사 내열성은 100% 신장 상태로 130℃ 온도에서 1시간 습열처리한 원사시료를 5회 사이클(cycle) 평가하여, 열처리 전 대비 5번째 Download값의 수준을 평가한 데이터임.

- <49> 주2) 내알칼리성은 NaOH 25%(wt%) 농도의 수용액에 원사시료를 침지시킨 상태로 150 °C 온도로 가열시에 원사시료가 분해되는 시간을 나타냄.
- <50> 주3) 원단의 파워 유지율은 최종 가공된 원단을 가로 1 inch, 세로 30 cm 길이로 샘플링하여, 인스트론(Instron)의 그립(Grip)에 물린 상태로 측정 길이가 20cm가 되도록 고정된 후, 5회 사이클(cycle) 평가하여, 첫번째 업로드(Upload) 대비 5회째 Download의 값을 측정한 결과임.
- <51> 주4) 버닝-아웃 전(前)의 기모 상태는 벨벳 생지를 샐링하고, 바탕염색을 완료한 상태에서 기모의 직립 정도를 육안 평가한 것으로서, ○의 경우는 기모가 매우 곧고 힘있게 직립하는 경우이고, △의 경우는 기모가 일부 눕는 현상을 나타내는 경우임.
- <52> 주5) 버닝-아웃 후 원단 상 홀 발생정도는 육안평가에 의해 수행하였다.

【발명의 효과】

- <53> 본 발명의 방법으로 제조된 탄성사는 중합 및 방사 점도가 균일하게 관리되어 원사 물성이 균일하고, 모듈러스 및 내열성이 향상되며, 내알칼리성도 탁월하게 향상되어, 일반 벨벳용 혹은 버닝-아웃 및 날염을 연속적으로 진행하는 특수 벨벳용도로 적용시에 탄성사의 취화가 거의 없고, 기모사 및 원단 형태 안정성이 우수한 장점이 있다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체 용액에, 상기 폴리우레탄 또는 폴리우레탄우레아 중합체의 총 중량을 기준으로 1 내지 20 중량%의 셀룰로오스아세테이트를 첨가 및 균일교반하여 수득된 방사원액을 숙성시켜 방사하는 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 2】

제 1항에 있어서, 상기 셀룰로오스 아세테이트는 초화도가 28 내지 72%인 셀룰로오스 디아세테이트 또는 셀룰로오스 트리아세테이트인 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 3】

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 폴리우레탄 또는 폴리우레탄 우레아 중합체 용액은 유기 디이소시아네이트와 고분자 디올을 반응시켜 전구체를 제조하고, 상기 전구체를 유기용매에 용해시킨 다음 상기 전구체 용액을 디아민과 반응시키고, 이어서 모노아민으로 반응시켜 제조하는 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 4】

제 3항에 있어서, 상기 유기 디이소시아네이트는 디페닐메탄-4,4'-다이소시아네이트, 디페닐메탄-4,4' 다이소시아네이트, 헥사메틸렌다이소시아네이트, 톨루엔다이소시아네이트, 부틸렌다이소시아네이트 및 수소화된 P,P-메틸렌다이소시아네이트로 이루어진 군으로부터

선택되고, 상기 고분자 디올은 폴리테트라메틸렌에테르 글리콜, 폴리프로필렌글리콜 및 폴리카보네이트디올로 이루어진 군으로부터 선택되며, 상기 디아민은 에틸렌 디아민, 프로필렌디아민 및 히드라진으로 이루어진 군으로부터 선택되고, 상기 모노아민은 디에틸아민, 모노에탄올아민 및 디메틸아민으로 이루어진 군으로부터 선택되며, 중합체 용액 제조시 사용되는 유기용매는 N,N'-디메틸 포름 아미드, N,N'-디메틸 아세트아미드, 또는 디메틸 설펍시드인 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 5】

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 상기 방사원액에 추가로 소광제, UV-안정제, 산화방지제, NOx 기체 황변 방지제, 점착 방지제, 염착 증진제, 및 내염소제로부터 선택된 1 또는 2 이상의 첨가제를 첨가하여 방사하는 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 6】

제 1항 또는 제 2항에 있어서, 상기 셀룰로오스아세테이트를 첨가 후 균일교반은 2시간 이상 수행하고, 상기 방사원액의 숙성은 30 내지 70℃ 의 온도에서 28 내지 38 시간 방치하여 수행하는 것을 특징으로 하는 탄성사 제조방법.

【청구항 7】

제 1항 내지 제 6항에 따른 방법으로 제조된 탄성사.

10 060810

출력 일자: 2004/8/20

【청구항 8】

제 7항의 탄성사를 사용하여 제조된 벨벳원단.